

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA  
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ENDODONTIA

Daniela Peressoni Vieira Schuldt

ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DO MTA MANIPULADO COM  
DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE PROPILENO GLICOL

**Florianópolis**  
**2014**



DANIELA PERESSONI VIEIRA SCHULDT

ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DO MTA MANIPULADO COM  
DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE PROPILENO GLICOL

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia. Área de concentração: Endodontia.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Antunes Bortoluzzi

Florianópolis

2014

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Schuldt, Daniela Peressoni Vieira  
ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DO MTA MANIPULADO COM  
DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE PROPILENO GLICOL / Daniela  
Peressoni Vieira Schuldt ; orientador, Eduardo Antunes  
Bortoluzzi - Florianópolis, SC, 2014.  
53 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa  
Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-  
Graduação em Odontologia.

Inclui referências

1. Odontologia. 2. MTA. 3. Aditivos. 4. Propileno  
Glicol. 5. Propriedades físico-químicas. I. Bortoluzzi,  
Eduardo Antunes. II. Universidade Federal de Santa  
Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III.  
Título.

Daniela Peressoni Vieira Schuldt

ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DO MTA MANIPULADO COM  
DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE PROPILENO GLICOL

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de “Mestre” e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Florianópolis, 28 de janeiro de 2014.

---

Prof. Dr. Izabel Cristina Santos de Almeida  
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia

**Banca Examinadora:**

---

Prof. Dr. Eduardo Antunes Bortoluzzi  
Orientador  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. Dr. Everdan Carneiro  
Pontifícia Universidade Católica do Paraná

---

Prof. Dr. Wilson Tadeu Felipe  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Cleonice da Silveira Teixeira  
Universidade Federal de Santa Catarina



Ao meu marido, meu companheiro e amor da  
minha vida, **Guenther Filho**, pela dedicação,  
carinho, amor e cumplicidade.

Aos meus amados pais, **Paulo Afonso** e  
**Elianne**, por simplesmente tudo! Pela minha  
vida, por todo o carinho, a dedicação, o amor  
e os ensinamentos.

Aos meus irmãos, **Carolina, Eduardo,**  
**Felipe** e **Bernardo**, por serem os meus  
melhores amigos e meus companheiros de  
uma vida inteira.

À minha afilhada, **Letícia**, por trazer uma  
alegria e um amor incomensurável à minha  
vida.

Vocês são o meu maior tesouro e os amo  
infinitamente.





## AGRADECIMENTOS

A **Deus**, pela minha maravilhosa vida! Por me proporcionar tantas bênçãos e tantas alegrias, por me guiar e proteger todos os dias.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Eduardo Antunes Bortoluzzi**, por toda a dedicação e carinho na realização deste trabalho. Pela orientação, pela amizade, pelos conselhos, pelas conversas, pela paciência e pela sabedoria. Sabes muito bem que eu não teria chegado aonde cheguei sem a tua constante ajuda e sem a tua atenção. Desde a quinta fase na graduação, a orientação do TCC, as apresentações no SBPqO, os prêmios, os dois anos de Mestrado e este trabalho; eu sempre te serei eternamente grata! Em outros momentos já te disse e repito, tu contagias a todos ao teu redor com a alegria que tens em ser Professor e pesquisador, e foste com certeza a principal razão para eu ter seguido a carreira acadêmica. Muito obrigada hoje e sempre. Espero que os nossos caminhos e trabalhos se cruzem novamente, porque tenho muito orgulho em ser tua orientada.

Ao meu marido, **Guenther Schuldt Filho**, por haver me dado a honra de ser sua esposa, companheira e merecedora do teu nome. Por ser meu porto-seguro, meu companheiro, meu cúmplice, meu melhor amigo, meu grande orgulho e com certeza por ser um grande exemplo na minha vida, para a profissional que pretendo ser. Obrigada por me ensinar que o casamento é realmente difícil, para os outros, não para nós. Obrigada por me fazer mais feliz do que eu jamais imaginei que poderia ser. Eu achei que o dia do nosso casamento seria o mais feliz da minha vida, mas me enganei. A cada dia que se segue, eu sou mais feliz

ao teu lado. Obrigada por cuidar de mim, me proteger e me amar. Eu te amo muito meu amor, muito mesmo! E cada dia mais.

Aos meus pais, **Paulo Afonso e Elianne**, pela minha vida, pelo amor, carinho, cuidado e pela dedicação. É impossível colocar em palavras o quanto eu amo vocês e o quanto eu sou grata por tudo que vocês me proporcionaram e ainda me proporcionam. Eu me emociono só de pensar em vocês, e no quanto vocês são fundamentais na minha vida. O meu eterno e sincero agradecimento. Eu amo vocês incomensuravelmente.

Aos meus irmãos, **Carolina, Eduardo, Felipe e Bernardo**, por serem os grandes companheiros da minha vida, meus melhores amigos, meus amores e cada um, um pedacinho de mim. Nós temos um laço lindo e único que nos une e que nada é capaz de separar. Amo vocês.

À minha afilhada, **Letícia**, a Linda da Dinda. Por trazer uma alegria infinita para o meu coração e por me fazer transbordar de carinho e amor só por te ter pertinho de mim.

À **Prof. Dra. Cleonice da Silveira Teixeira**, por ser uma grande professora para mim, em todos os sentidos. Por sempre ter uma palavra de carinho e um gesto de amizade. Por todos os conselhos, profissionais e matrimoniais, pelas conversas, pela dedicação, por simplesmente se preocupar conosco e perguntar se está tudo bem. Cléo, tu és uma pessoa maravilhosa, tens um jeito único de ser que cativa a todos ao teu redor. Muito obrigada por toda ajuda neste trabalho e em todo o Mestrado! E obrigada também, por aceitar fazer parte da minha banca.

Ao **Prof. Dr. Wilson Tadeu Felipe**, por ser um professor exemplo de sapiência e competência. Por estar sempre disposto a nos ajudar, seja assistindo a inúmeras apresentações de artigos e aulas, ou para ultrapassar canais até então impossíveis de serem ultrapassados. Professor, eu aprendi muito contigo nestes dois anos e sei que ainda irei aprender muito mais. Para mim, és um exemplo de profissional e me dá muito orgulho em te ter como um dos meus tutores mais próximos. Muito obrigada por aceitar o convite de participar da minha banca, mais uma vez. Na primeira, eu estava apavorada com a tua presença. Mas agora, eu estou é lisonjeada. Sei que irás enriquecer muito a minha pesquisa, assim como já enriqueceste meu conhecimento. Obrigada sempre!

À **Prof Dra. Maria Helena Pozzobon**, por aceitar o convite de ser suplente. Mas principalmente, por sempre ter uma palavra de conforto a oferecer e um coração de ouro. Obrigada pelo carinho.

À **Prof Dra. Mara Cristina Santos Felipe**, por ser uma professora sempre presente, por também assistir inúmeras apresentações de artigos e aulas e sempre ter algo construtivo a comentar, para que melhorássemos na próxima apresentação, por sempre olhar minuciosamente os nossos trabalhos e ressaltar coisas que nem havíamos percebido. Professora, muito obrigada pelo carinho e pela dedicação nestes dois anos. Foste para mim uma grande fonte de conhecimento e de crescimento pessoal.

À **Prof Dra. Ana Maria Hecke Alves**, que mesmo um pouco afastada, estava sempre disponível quando precisávamos tirar alguma

dúvida. Para mim és um exemplo de pessoa a ser seguido, sempre disposta a ajudar quem precisa. Muito obrigada por tudo.

Ao **Prof. Dr. Everdan Carneiro**, pela disponibilidade, pelo aceite em participar da minha banca de defesa da dissertação e pela pronta resposta sempre. Muito obrigada pela leitura e presença, professor.

À minha amiga e parceira de trabalho, **Gabriela Santos Felipe**, pela companhia durante a execução dos testes, pela paciência, pelos ensinamentos, pelas conversas, pelos conselhos, tanto para a execução deste trabalho quanto para a vida. E agradeço também, a ti e ao **Armando Lopes Pereira Neto**, por serem nossos amigos, por terem aceitado o convite de conhecer a nossa casa e claro, comer da minha comida! Estamos esperando por vocês na Suíça!

Às minhas amigas e colegas de pós-graduação, **Bruna Casagrande Cechella** e **Luciane Geanini Pena**. Meninas, vocês são pessoas maravilhosas que eu tive a sorte de conhecer na graduação e o prazer de me aproximar ainda mais durante o mestrado. Estes meus dois anos não seriam os mesmos sem vocês. Muito obrigada pela amizade, pelas conversas, pelas risadas, pelo companheirismo, pelo entendimento, pelo exemplo de esforço e pela sinceridade. Vocês são pessoas que eu irei levar sempre no meu coração. Desejo a vocês muito sucesso e muita felicidade. E Bruna, eu vou torcer muito por ti no dia da tua defesa e te enviar as minhas melhores vibrações.

Aos meus colegas de pós-graduação, **Tamer Schmidt**, **Larissa Pinto**, **Josiane de Almeida**, **Maybell Tedesco**, **Anarela Bernardi** e **Débora Costa**, por terem participado dessa jornada comigo, cada um

com as suas pesquisas e trabalhos, mas enfrentando dificuldades e aprendendo juntos. Tamer e Larissa, não estarei aqui no dia da defesa de vocês, mas eu tenho certeza que terão muito do sucesso. Arrasem!

Ao **Sérgio** e a **Jaqueline**, que estiveram sempre presentes nestes dois anos, sempre ajudando ou simplesmente fazendo companhia enquanto trabalhávamos, ou durante o cafezinho. Foi um prazer dividir meus dias com vocês.

Aos meus cunhados, **Francisco, Heloísa e Marília**, por estarem junto com os meus irmãos construindo a nossa família, participando dos nossos momentos e trazendo sempre uma nova alegria para os nossos dias.

Aos meus padrinhos, **Henrique Jr e Teresa**, que sempre estiveram ao meu lado e acreditaram no meu sucesso. Muito obrigada por todo o amor, o carinho e a dedicação em todos os anos da minha vida. Eu amo vocês.

À minha Avó, **Ângela Evangelista**, que é a minha grande joia. Voinha eu te amo muito. És uma das pessoas mais importantes da minha vida, um exemplo de elegância, de superação e de vida.

Ao meu avô, **Benno Meyer Peressoni** (*in memoriam*), por ter sido sempre o meu favorito e ser a maior saudade da minha vida.

Ao **Guenther** e a **Cléa**, que sempre me recebem com tanto carinho. Vocês são como uma segunda família para mim. Sempre serei muito grata a vocês por tudo. **Cléa**, obrigada por todos os conselhos e os ensinamentos. Eu aprendo muito contigo e te tenho como um exemplo para a minha vida.



“Afina, aquilo que amamos sempre será parte de  
nós” J. K. Rowling 2007.





SCHULDT, DPV. Análise das propriedades do MTA manipulado com diferentes concentrações de propileno glicol. 2014. 53f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

## RESUMO

O emprego do propileno glicol (PG) como veículo do Agregado de Trióxido Mineral (MTA) demonstrou melhorar algumas de suas propriedades físico-químicas e não alterou sua biocompatibilidade. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do PG na estabilidade dimensional, na resistência à compressão, na solubilidade e desintegração, e no pH do MTA. O MTA foi preparado com diferentes proporções de PG: G1= MTA + 100% água destilada (AD); G2 = MTA + 80% AD e 20% PG; G3= MTA + 50% AD e 50% PG e G4= 20% AD e 80% PG. Os testes de estabilidade dimensional e de resistência à compressão foram realizados após 24 horas de imersão em água e após 30 dias. Para a análise da solubilidade e do pH, anéis de teflon foram preenchidos com os cimentos e individualmente colocados em potes plásticos com 50 ml de AD (n= 6). Passadas 3 h, 24 h e 7 dias o pH foi analisado, e a solubilidade após 7 dias. A análise estatística foi realizada através do teste ANOVA para comparações entre os grupos e teste Tukey para comparações individuais. O PG não interferiu na estabilidade dimensional e na resistência à compressão do MTA. A solubilidade dos cimentos com 50% e 80% de PG foi menor do que a do grupo preparado com AD ( $p=0,0194$  e  $p=0,0221$ ) quando úmidos. O PG aumentou o pH do MTA nas primeiras 3 h com diferença estatística para o grupo da AD ( $p=0,004$ ;  $p<0,001$  e  $p<0,001$ , respectivamente). O PG não influenciou a estabilidade dimensional e a resistência à compressão do MTA. Mas diminuiu a solubilidade e aumentou o pH nos períodos iniciais.

Palavras-chave: Agregado Trióxido Mineral, Estabilidade dimensional, pH, Propileno glicol, Resistência à Compressão, Solubilidade

SCHULDT, DPV. --- Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

## ABSTRACT

Mixing Mineral Trioxide Aggregate (MTA) with propylene glycol (PG) has improved some of its properties. The aim of this study was to evaluate the influence of PG on MTA dimensional stability, compressive strength, solubility and disintegration, and pH. MTA was mixed with different proportions of PG as follow: G1= MTA + 100% distilled water (DW); G2= MTA + 80% DW and 20% PG; G3= MTA + 50% DW and 50% PG; and G4= MTA + 80% DW and 20% PG. The dimensional stability and compression strength tests were realized after 24 h storage in water and after 30 days. For the solubility test and pH analysis teflon rings were filled with the different cements and individually immersed in flasks containing 50 ml DW (n= 6). After 3 h, 24 h and 7 days pH was measured, and the solubility after 7 days. Statistical analysis was performed by ANOVA test for global comparison and by using Turkey's test for individual comparisons. PG did not interfere on MTA dimensional stability and compressive strength. Cements prepared with 50% and 80% PG had lowest solubility when compared to the DW group ( $p=0,0194$  e  $p=0,0221$ ) when hydrated weighed. PG also increased MTA pH on the 3 initials hours when compared to the DW group ( $p=0,004$ ;  $p<0,001$  e  $p<0,001$ , respectively). PG did not influence MTA dimensional stability and compressive strength, but reduced its solubility and increased the pH after 3 hours.

Key-words: Compressive Strength, Dimensional Stability, Mineral Trioxide Aggregate pH, Propylene glycol, Solubility.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b>	<b>16</b>
1.1 COMPOSIÇÃO E APRESENTAÇÃO	16
1.2 MANIPULAÇÃO E HIDRATAÇÃO	17
1.3 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS	17
1.4 PROPRIEDADES BIOLÓGICAS	18
1.5 ADITIVOS	19
1.6 PROPILENO GLICOL	20
<b>2 PROPOSIÇÃO</b>	<b>23</b>
<b>3 ARTIGO</b>	<b>24</b>
Introdução	27
Material e Métodos	28
Teste de estabilidade dimensional	28
Ensaio mecânico de resistência à compressão	29
Teste de solubilidade e desintegração	30
Análise do pH	30
Resultados	31
Discussão	34
Conclusões	38
Referências	38

## 1 INTRODUÇÃO

O agregado de trióxido mineral (MTA) é um cimento reparador desenvolvido para selar as vias de comunicação entre o sistema de canais radiculares e o periodonto, principalmente nos casos de perfurações radiculares e em retroobturações (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010; VON ARX; PENARROCHA; JENSEN, 2010).

Atualmente, o MTA é um dos materiais mais estudados em Endodontia e passou a ser utilizado em outras situações clínicas: capeamento pulpar direto (BOGEN; KIM; BAKLAND, 2008), pulpotomia (WHITERSPOON; SMALL; HARRIS, 2006; BORTOLUZZI et al., 2008), apicificação (FELIPPE; FELIPPE; ROCHA, 2006; EL-MELIGY; AWERY, 2006), apicigênese (EL-MELIGY; AWERY, 2006) e como cimento obturador (BOGEN; KUTTLER, 2009).

### 1.1 COMPOSIÇÃO E APRESENTAÇÃO

O MTA apresenta-se como um pó constituído de finas partículas hidrofílicas (LEE; MONSEF; TORABINEJAD, 1993), compostas principalmente por óxido de cálcio, sílica e óxido de bismuto (ASGARY et al., 2005; ASGARY et al., 2006; PARIROKH; TORABINEJAD et al., 2010).

Inicialmente o MTA foi comercializado na cor cinza com o nome de ProRoot (Dentsply, Tulsa Dental, Oklahoma, USA). Para o uso em áreas estéticas, a Dentsply lançou o MTA de cor branca em 2002, chamado de ProRoot MTA. Ambos os cimentos são constituídos de 75% de cimento Portland, 5% de sulfato de cálcio diidratado (gesso) e 20% de óxido de bismuto, responsável pela radiopacidade do material (ESTRELA et al., 2000). A cor branca é resultante da diminuição de um de seus componentes, o trióxido de ferro, ocasionando apenas a alteração de cor, sem a modificação de qualquer uma de suas outras propriedades (ASGARY et al., 2005; ASGARY et al., 2006; WANG et al., 2010).

Em 2003, a empresa brasileira Angelus Soluções Odontológicas (Londrina, Brasil) desenvolveu um MTA de cor cinza denominado MTA-Angelus. Um ano depois, lançou o MTA Branco, desta vez de coloração branca. Ambos os cimentos são compostos por 80% de cimento Portland e 20% de óxido de bismuto.

## 1.2 MANIPULAÇÃO E HIDRATAÇÃO

O MTA deve ser manipulado com água destilada. O ProRoot MTA numa proporção de 1,0 g de pó para 0,30 g de água destilada (3:1). Para o MTA Branco a proporção é de 1:1 (1 gota de água : 1 dose da pá medidora).

O ProRoot apresenta um tempo de presa médio de 4 h e o MTA Branco tem o tempo de presa inicial em torno de 15 min (ANGELUS, 2006). A presença do gesso na fórmula do ProRoot faz com que sua presa seja mais lenta (BORTOLUZZI et al., 2006).

Devido a sua característica hidrofílica (TORABINEJAD et al., 1994) é recomendada a colocação de uma “bolinha de algodão” úmida em contato direto com o material até que a presa se complete (WANG et al., 2010). Desta forma, ele não precisa ser empregado em um campo seco (TORABINEJAD et al., 1994), podendo ser utilizado na presença de umidade, o que acontece durante os procedimentos clínicos, como no selamento de perfurações e em cirurgias parodontodônticas. Nestes casos, a umidade presente nos tecidos age como um ativador da reação química do material (TORABINEJAD et al., 1995).

A hidratação do MTA ocorre em duas fases. Na primeira fase acontece a dissolução de seus componentes, resultando em um gel amorfo contendo carbono, silício e hidrogênio (ENDERSON & BAILEY, 1993). Na segunda fase, ocorre a cristalização dos hidratados formando uma massa de cristais cúbicos e agulheados, já com menor quantidade de água (WANG et al., 2010). O hidróxido de cálcio se forma nos estágios finais da hidratação (fase cristalina) (LIN et al., 2003; LEE et al., 2007; WANG et al., 2010), seguido da liberação de íons cálcio e hidroxila (DUARTE et al., 2003; FRIDLAND; ROSADO 2003; SANTOS et al., 2005; BORTOLUZZI et al., 2006; PARIROKH; TORABINEJAD, 2010).

## 1.3 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS

As propriedades do MTA variam conforme o tamanho das partículas, a presença de água durante a presa do material, a quantidade de água absorvida (TORABINEJAD et al., 1993; ADAMO et al., 1999), a incorporação de bolhas de ar durante a mistura, a pressão utilizada durante a condensação, o tipo de MTA, o tipo de meio onde será utilizado, o pH deste meio, o tipo de veículo utilizado, espessura do material e a temperatura (PARIROKH; TORABINEJAD, 2010). O grau

de solubilidade e a porosidade do MTA é relativo a proporção pó/líquido empregada (FRIDLAN; ROSADO, 2003).

Estudos *in vitro* demonstraram que o MTA apresenta boa capacidade de selamento (PARIROKH, TORABINEJAD, 2010) e excelente adaptação marginal, evitando a microinfiltração bacteriana (ADAMO et al., 1999) e de endotoxinas (TANG et al., 1997). Além disso, mostrou alta força de união à dentina (REYES-CARMONA; FELIPPE; FELIPPE, 2010).

Outros trabalhos demonstraram que o MTA apresenta baixa solubilidade (TORABINEJAD et al., 1995; DANESH et al., 2006; SHIE et al., 2009), podendo aumentar em períodos longos (FRIDLAND; ROSADO, 2005), e radiopacidade adequada para o uso em Endodontia (BUENO et al., 2009).

Com relação a resistência à compressão, o MTA apresenta inicialmente valores baixos, mas com o passar do tempo, a resistência aumenta consideravelmente, podendo ser comparada a do IRM e a do Super EBA (TORABINEJAD et al., 1995). Lee et al., em 2011 observaram um contínuo aumento da resistência à compressão do MTA após 1, 3 e 7 dias. Isto ocorre porque o MTA apresenta compostos que demoram a hidratar-se completamente, atingindo maior resistência à compressão e resistência à união do cisalhamento por extrusão (push-out) alguns dias após a manipulação (SLUYK; MOON; HARTWELL, 1998; GANCEDO-CARAVIA; GARCIA-BARBERO, 2006). O valor médio de resistência à compressão do MTA é de 28,4 MPa após 7 dias de armazenamento (KOGAN et al., 2006).

Quando a estabilidade dimensional do MTA foi analisada após imersão em água, foi observado leve expansão do cimento (STORM et al., 2008; GANDOLFI et al., 2009). Depois de 24 h o valor médio de expansão linear do MTA foi de aproximadamente 1,02% (STORM et al., 2008).

Recém preparado, apresenta pH de 10,2, elevando-se para 12,5 após 3 h, e então permanece constante (TORABINEJAD et al., 1995; LEE et al., 2011). Valores mais baixos de pH (9,5) já foram registrados nas primeiras horas, mantendo-se com pouca variação até 7 dias (DUARTE et al., 2005). O pH do MTA pode se manter alcalino por longos períodos (FRIDLAND; ROSADO, 2005).

## **1.4 PROPRIEDADES BIOLÓGICAS**

O MTA apresenta baixa citotoxicidade (MOYANEZI; MILANI; MARVASTI, 2012), excelente biocompatibilidade

(CAMILLERI, et al., 2004; MOYANEZI; MILANI; MARVASTI, 2009) e não possui ação mutagênica (KETTERING; TORABINEJAD, 1995).

Devido a capacidade de formar apatita carbonatada na superfície, quando em contato com fluido tecidual sintético, foi considerado um cimento bioativo (REYES-CARMONA; FELIPPE; FELIPPE, 2009; GANDOLFI et al., 2010). A bioatividade é uma importante vantagem do MTA e pode ser correlacionada à liberação dos íons cálcio que ocorre durante o processo de hidratação (CAMILLERI, 2008; GANDOLFI et al., 2010). A liberação dos íons inicia-se imediatamente após a sua manipulação e permanece elevada por até 24 h (BORTOLUZZI et al., 2006).

Apesar de apresentar distintas propriedades biológicas e físico-químicas, o MTA apresenta alguns inconvenientes: seu longo tempo de presa pode favorecer a solubilidade e/ou desintegração ou seu deslocamento da cavidade retrógrada (KOGAN et al., 2006), sua consistência arenosa dificulta a inserção no retropreparo e em perfurações (LEE et al., 2004), e seu custo é relativamente alto (SAIDON et al., 2003; MENEZES et al., 2004).

Na literatura específica existem estudos que agregaram aditivos usados na construção civil, e outras substâncias ao MTA com o intuito de melhorar suas propriedades físico-químicas. Estes encontram-se relacionados no subitem seguinte.

## 1.5 ADITIVOS

Aditivos são produtos da construção civil, utilizados na elaboração de concretos, argamassas e caldas de cimento para modificar certas propriedades do material fresco ou endurecido, tornando-os mais fáceis de manusear e incrementando sua resistência diante das solicitações físico-químicas (MANUAL TÉCNICO VEDACIT, 2003). Devido a similaridade entre MTA e cimento Portland, esses produtos e outras substâncias vêm sendo investigados com o intuito de melhorar as propriedades físico-químicas do MTA (WHITE et al., 2002).

O aditivo mais estudado é o cloreto de cálcio (WILTBANK et al., 2007; BORTOLUZZI et al., 2006; BORTOLUZZI et al., 2008; BORTOLUZZI et al., 2009). Quando empregado nas concentrações de 5 a 15%, o  $\text{CaCl}_2$  diminuiu o tempo de presa do MTA e do cimento Portland (KOGAN et al., 2006; HARRINGTON, 2005; BORTOLUZZI et al., 2009). Na concentração de 10%, melhorou a capacidade seladora do MTA (BORTOLUZZI et al., 2006), diminuiu sua solubilidade

(BORTOLUZZI et al., 2009), manteve seu pH elevado, em torno de 10 a 11,7, e potencializou a liberação de íons cálcio em 24 h (BORTOLUZZI et al., 2006).

Outros aditivos já foram adicionados ao MTA. Alguns foram utilizados em substituição a água destilada, como veículo da mistura, ou como coadjuvantes à ela. São exemplos: soro fisiológico, hipoclorito de sódio gel, K-Y gel (KOGAN et al., 2006; JAFARNIA et al., 2009), soluções anestésicas (KOGAN et al., 2006; WATTS et al., 2007; JAFARNIA et al., 2009), gluconato de clorexidina gel (KOGAN et al., 2006), fosfato de sódio (HUANG et al., 2008; DING et al., 2008; SHIE et al., 2009), gluconato lactato de cálcio (HSIEH et al., 2009; JI et al., 2011; KANG et al., 2013), metilcelulose (BER et al., 2007), nitrito e nitrato de cálcio, formiato de cálcio (WILTBANK et al., 2007; McNAMARA et al., 2010) e o propileno glicol (HOLLAND et al., 2007; BRITO-JÚNIOR et al., 2012; DUARTE et al., 2012; MILANI et al., 2013).

## 1.6 PROPILENO GLICOL

O propileno glicol é um álcool alifático (álcool oleoso) utilizado amplamente em dermatologia e é considerado o veículo ideal para a maioria das preparações de aplicação tópica (HANNUKSELA e SALO, 1968). Ele é empregado como solvente, condicionante de pele, fluidificante, e serve de coadjuvante em fragrâncias. Por não apresentar toxicidade e não ser carcinogênico, é considerado seguro para a elaboração de formulações tópicas (FIUME et al., 2012). O propileno glicol também pode ser encontrado em medicações sistêmicas, como o Diazepam (CATANZARO & SMITH, 1991; ISHIWATA; NISHIJIMA; FUKASAWA, 2003).

Na Endodontia, ele é empregado como veículo no preparo da pasta de hidróxido de cálcio (LAWS, 1962; FELIPPE et al., 2005) e de cimentos obturadores (CHANG et al., 2010). Quando usado na pasta, possibilita a dissociação mais lenta dos íons hidroxila e cálcio por ser viscoso, e a consistência adquirida pela mistura é apropriada para o preenchimento do canal radicular. Além disso, o propileno glicol apresenta ação antimicrobiana e inibe a fermentação e o crescimento de fungos, podendo potencializar a ação antisséptica da pasta

Considerando os benefícios trazidos pelo propileno glicol à pasta de hidróxido de cálcio, Holland e colaboradores (2007) pensaram em empregá-lo como veículo do MTA na obturação do canal radicular. Os autores investigaram a influência do veículo (água destilada ou



propileno glicol) manipulado com MTA na resposta dos tecidos periapicais de cães. Quarenta canais de dentes de cães foram esvaziados e modelados. O grupo 1 foi obturado com MTA manipulado com água destilada no limite do canal cementário, o grupo 2 foi sobreobturado com MTA manipulado com água destilada, o grupo 3 foi obturado no limite do canal cementário utilizando o MTA manipulado com propileno glicol e o grupo 4, foi o MTA manipulado com propileno glicol sobreobturado. Observaram que as duas pastas causaram um comportamento biológico semelhante e houve melhores resultados quando a obturação se encontrou dentro do canal radicular, independente do veículo utilizado. Os autores salientaram que o propileno glicol facilitou a introdução do MTA no interior do canal.

Em 2010, Brito-Júnior et al. avaliaram o efeito do propileno glicol na capacidade de selamento do MTA em perfurações de furca através do teste de infiltração de bactérias. Trinta molares inferiores humanos tiveram a furca perfurada com brocas carbide nº 3 e foram divididos em dois grupos conforme o veículo empregado, totalizando 10 amostras por grupo. No grupo 1 o MTA foi preparado com propileno glicol e no grupo 2 com água destilada, numa proporção pó-líquido de 3:1 para ambos os grupos. O MTA foi levado ao local da perfuração com um carregador de MTA e condensado com calcadores. Cinco amostras sem preenchimento da perfuração e cinco totalmente seladas serviram como grupos controle positivo e negativo, respectivamente. O teste de infiltração ocorreu durante 30 dias utilizando cepas de *Enterococcus Faecalis*, onde o primeiro período experimental (P1) consistiu entre o primeiro e o décimo dia, o segundo período experimental (P2) entre o décimo primeiro e o vigésimo dia, e o terceiro período experimental (P3) foi do vigésimo primeiro ao trigésimo dia. O controle positivo apresentou infiltração em todos os períodos, e o grupo controle negativo não apresentou infiltração em nenhum dos períodos. No vigésimo dia, 50% das amostras de MTA com propileno apresentaram infiltração, contra 70% das amostras de MTA manipulado com água destilada, apresentando diferença estatística. Nos demais períodos não houve diferença estatística entre os grupos. Os autores concluíram que o propileno glicol quando empregado como veículo do MTA aumentou a capacidade de selamento do cimento em perfurações na região de furca.

Duarte et al., em 2012, avaliaram a influência do propileno glicol na fluidez, no tempo de presa, na liberação de íons cálcio e no pH do MTA. O MTA foi manipulado com diferentes concentrações de propileno glicol: no grupo 1 MTA foi manipulado com 100% de água

destilada, no grupo 2 com 80% de água destilada mais 20% de propileno glicol, no grupo 3 com 50% de água destilada e 50% de propileno glicol, no grupo 4 com 20% de água destilada e 80% de propileno glicol e no grupo 5 com 100% de propileno glicol. Os períodos experimentais foram de 3, 24 e 72 h. Foi observado que o MTA manipulado com 20% de água destilada e 80% de propileno glicol apresentou a maior fluidez, e o MTA preparado apenas com água destilada a menor. A presença do propileno glicol aumentou o pH e a liberação de íons cálcio nos períodos iniciais. As amostras do grupo 5 não tomaram presa. Os autores concluíram que o propileno glicol aumentou o tempo de presa do MTA, melhorou a fluidez e aumentou o pH e a liberação de íons cálcio nos períodos iniciais. A proporção de 20% de propileno glicol e 80% de água destilada foi a recomendada.

Milani et al. (2013) avaliaram o efeito do propileno glicol na resistência de união ao cisalhamento por extrusão (push-out) do MTA com a dentina. Setenta e cinco discos de dentina com 2 mm de espessura obtidos de dentes unirradiculados foram utilizados. Os canais foram alargados com brocas Gates-Glidden e aleatoriamente divididos em três grupos, totalizando 25 amostras por grupo. Os cimentos foram preparados com 1 g de pó para 0,3 mL de líquido. No grupo 1 o MTA foi preparado com 100% de água destilada, no grupo 2 com 80% de água destilada e 20% de propileno glicol e no grupo 3 com 100% de propileno glicol. Após o teste de push-out, as amostras foram cortadas ao meio e analisadas em microscópio para determinar o local de fratura. Os autores encontraram que a força de resistência de união das amostras do grupo 1 as dos grupos 2 e 3. No entanto, não houve diferença entre os grupos 2 e 3. Em vista disso, os autores concluíram que a adição do propileno glicol ao MTA aumentou a sua resistência de união à dentina, e que a concentração de 80% de água destilada e 20% de propileno glicol seria a mais recomendada.

Diante dos estudos encontrados na literatura, o emprego do propileno glicol como veículo para o MTA parece ser promissor para melhorar as propriedades físico-químicas do MTA. Entretanto, novas pesquisas devem ser realizadas com o objetivo de avaliar a influência do propileno glicol na estabilidade dimensional, na resistência à compressão, na solubilidade e desintegração e no pH do MTA.

## **2 PROPOSIÇÃO**

Avaliar a estabilidade dimensional, a resistência à compressão, a solubilidade e desintegração, e o pH do MTA manipulado com diferentes proporções de propileno glicol e água destilada.

### **3 ARTIGO**

Análise das propriedades do MTA manipulado com diferentes concentrações de propileno glicol

Daniela Peressoni Vieira Schuldt, DDS.

Departamento de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina,  
Florianópolis, Santa Catarina, Brasil

Artigo formatado conforme normas do **Journal of Endodontics**.

## RESUMO

*Introdução:* O emprego do propileno glicol (PG) como veículo do Agregado de Trióxido Mineral (MTA) demonstrou melhorar algumas de suas propriedades físico-químicas e não alterou sua biocompatibilidade. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do PG na estabilidade dimensional, na resistência à compressão, na solubilidade e desintegração, e no pH do MTA. *Métodos:* O MTA foi preparado com diferentes proporções de PG: G1= MTA + 100% água destilada (AD); G2 = MTA + 80% AD e 20% PG; G3= MTA + 50% AD e 50% PG e G4= 20% AD e 80% PG. Os testes de estabilidade dimensional e de resistência à compressão foram realizados após 24 horas de imersão em água e após 30 dias. Para a análise da solubilidade e do pH, anéis de teflon foram preenchidos com os cimentos e individualmente colocados em potes plásticos com 50 ml de AD (n= 6). Passadas 3 h, 24 h e 7 dias o pH foi analisado, e a solubilidade após 7 dias. A análise estatística foi realizada através do teste ANOVA para comparações entre os grupos e teste Tukey para comparações individuais. *Resultados:* O PG não interferiu na estabilidade dimensional e na resistência à compressão do MTA. A solubilidade dos cimentos com 50% e 80% de PG foi menor do que a do grupo preparado com AD ( $p=0,0194$  e  $p=0,0221$ ) quando úmidos. O PG aumentou o pH do MTA nas primeiras 3 h com diferença estatística para o grupo da AD ( $p=0,004$ ;  $p<0,001$  e  $p<0,001$ , respectivamente). *Conclusão:* O PG não influenciou a estabilidade dimensional e a resistência à compressão do MTA. Mas diminuiu a solubilidade e aumentou o pH nos períodos iniciais.

**Palavras-chave:** Agregado Trióxido Mineral, Estabilidade dimensional, pH, Propileno glicol, Resistência à Compressão, Solubilidade.

## ABSTRACT

**Introduction:** Mixing Mineral Trioxide Aggregate (MTA) with propylene glycol (PG) has improved some of its properties. The aim of this study was to evaluate the influence of PG on MTA dimensional stability, compressive strength, solubility and disintegration, and pH. **Methods:** MTA was mixed with different proportions of PG as follow: G1= MTA + 100% distilled water (DW); G2= MTA + 80% DW and 20% PG; G3= MTA + 50% DW and 50% PG; and G4= MTA + 80% DW and 20% PG. The dimensional stability and compression strength tests were realized after 24 h storage in water and after 30 days. For the solubility test and pH analysis teflon rings were filled with the different cements and individually immersed in flasks containing 50 ml DW (n= 6). After 3 h, 24 h and 7 days pH was measured, and the solubility after 7 days. Statistical analysis was performed by ANOVA test for global comparison and by using Turkey's test for individual comparisons. **Results:** PG did not interfere on MTA dimensional stability and compressive strength. Cements prepared with 50% and 80% PG had lowest solubility when compared to the DW group ( $p=0,0194$  e  $p=0,0221$ ) when hydrated weighed. PG also increased MTA pH on the 3 initials hours when compared to the DW group ( $p=0,004$ ;  $p<0,001$  e  $p<0,001$ , respectively). **Conclusion:** PG did not influence MTA dimensional stability and compressive strength, but reduced its solubility and increased the pH after 3 hours..

**Key-words:** Compressive Strength, Dimensional Stability, Mineral Trioxide Aggregate , pH, Propylene glycol, Solubility.

## Introdução

O agregado de trióxido mineral (MTA) foi desenvolvido para selar as vias de comunicação entre o sistema de canais radiculares e o periodonto, principalmente em perfurações e em retroobturações (1). Gradualmente, o MTA passou a ser utilizado também em capeamentos pulpare (2), pulpotomias (3), apicificações, apicigêneses (4) e também como cimento obturador (5).

Apesar de sua ampla indicação, o MTA é um material difícil de manipular por apresentar consistência arenosa (6). Visando aprimorar a sua consistência e diminuir o tempo de presa, diversos autores investigaram o uso de substâncias na manipulação do MTA, utilizadas em substituição à água destilada ou como coadjuvantes. São exemplos: soro fisiológico, hipoclorito de sódio gel, K-Y gel (7,8), soluções anestésicas (7-9), gluconato de clorexidina gel (7), fosfato de sódio (10-12), gluconato lactato de cálcio (13-15), metilcelulose (16), nitrito e nitrato de cálcio, formiato de cálcio (17, 18) e o propileno glicol (19-22).

O propileno glicol é um veículo alcoólico não carcinogênico e não genotóxico, amplamente utilizado em Dermatologia. Ele é considerado ideal para muitas preparações de aplicação tópica (23), servindo como solvente, condicionante de pele, fluidificante, e coadjuvante na composição de inúmeras fragrâncias (24). Além disso, o propileno glicol também pode ser encontrado como veículo para medicações sistêmicas, como o Diazepam (25).

Na Endodontia, ele é empregado como veículo no preparo da pasta de hidróxido de cálcio (26, 27) e de cimentos obturadores (28). Quando usado na pasta, possibilita a dissociação mais lenta dos íons hidroxila e cálcio por ser viscoso, e a consistência adquirida pela mistura é apropriada para se preencher o canal radicular. Além disso, o propileno glicol apresenta ação antimicrobiana e inibe a fermentação e o crescimento de fungos, podendo potencializar a ação anti-séptica da pasta (29, 30).

Considerando os benefícios trazidos pelo propileno glicol à pasta de hidróxido de cálcio, Holland et al. (19) pensaram em empregá-lo como veículo do MTA na obturação do canal radicular. Os autores investigaram a influência do veículo (água destilada ou propileno glicol) manipulado com MTA na resposta dos tecidos periapicais de cães. Ambas as pastas causaram um comportamento biológico semelhante e foram biocompatíveis.

Utilizado também como veículo, o propileno glicol melhorou a capacidade de selamento, a fluidez, e elevou o pH e a liberação de íons cálcio (20, 21) do MTA. Ademais, aumentou a sua resistência de união à dentina (22).

Diante dos estudos encontrados na literatura, o emprego do propileno glicol como veículo para o MTA parece ser promissor. Entretanto, novas pesquisas devem ser realizadas com o objetivo de avaliar a influência do propileno glicol em outras propriedades físico-químicas do MTA. O objetivo deste estudo foi avaliar a estabilidade dimensional, a resistência à compressão, a solubilidade e desintegração, e o pH do MTA preparado com diferentes proporções de propileno glicol e água destilada.

## **Material e Métodos**

O MTA Branco (31) foi manipulado com diferentes concentrações de água destilada (AD) e propileno glicol (PG), formando 4 grupos: G1) MTA + 100% AD; G2) MTA + 80% AD e 20% PG; G3) MTA + 50% AD e 50% PG; G4) MTA + 20% AD + 80% PG. A proporção AD-PG foi determinada por volume e a proporção pó-líquido foi a mesma para todos os grupos (1 g de pó de cimento para 0,4 mL de líquido).

### **Teste de estabilidade dimensional**

Para cada grupo foram obtidas 12 amostras cilíndricas, confeccionadas a partir de moldes de teflon com dimensões de 3,58 mm de altura por 3 mm de diâmetro, de acordo com Carvalho-Junior et al., (32). Os moldes foram colocados sobre uma lâmina de vidro medindo 1 mm de espessura por 25 mm de largura e 75 mm de comprimento, recoberta por uma tira de papel celofane. Em seguida, foram preenchidos com os cimentos manipulados, de tal modo que ficasse um ligeiro excesso de material sobre a extremidade superior dos moldes. Depois do preenchimento, outra lâmina de vidro foi posicionada, também recoberta por uma tira de papel celofane, sobre a superfície superior do molde. O conjunto formado foi mantido unido firmemente por um grampo em forma de letra C. Decorridos 5 min do início da mistura, o conjunto foi transferido para uma estufa a  $37 \pm 1$  °C, com umidade relativa de 95%.



Após 24 h o conjunto foi removido da estufa e a superfície das amostras foi regularizada com lixa d'água 600 (3M, Brasil), sob irrigação de água destilada. Realizada esta etapa, as amostras de cada grupo foram removidas de seus moldes e os seus comprimentos medidos com um medidor de espessura com relógio de precisão de 0,01 mm (Mitutoyo American Corporation, Chicago, IL, USA), e as medidas anotadas. Logo após, as amostras foram imersas em recipientes individuais contendo 30 mL de água destilada, identificadas pelo grupo e número da amostra, e mantidas em estufa a  $37 \pm 1$  °C, por 24 h e 30 dias. Seis amostras de cada grupo foram utilizadas para cada período. Passados os períodos experimentais, as amostras foram removidas dos recipientes, o excesso de água foi retirado com auxílio de papel absorvente, e uma nova medição dos comprimentos foi realizada.

A alteração dimensional foi calculada pela seguinte fórmula:

$$C_{\text{FINAL}} - C \times 100 / C$$

( $C_{\text{FINAL}}$  = comprimento amostras decorridos o período experimental, C= comprimento inicial da amostra).

A alteração dimensional dos grupos foi a média aritmética das 6 repetições realizadas. A análise estatística consistiu em comparar as médias de porcentagem de alteração dimensional das amostras por meio do teste de Análise de Variância (ANOVA) e teste de Tukey com nível de significância de 5%.

### **Ensaio mecânico de resistência à compressão**

As amostras utilizadas no teste anterior foram usadas no ensaio mecânico. Após 24 h e 30 dias, elas foram retiradas dos recipientes, o excesso de água foi removido com auxílio de papel absorvente, e a resistência a compressão foi determinada por uma Máquina de testes Universal (Instron, Model 4444, Instron Corp., Canton, MA) com velocidade de 1 mm/min. A carga máxima necessária para a fratura de cada amostra foi obtida e anotada. A resistência a compressão foi calculada em megapascal (MPa) de acordo com a seguinte fórmula:  $C = 4P / \pi D^2$ , onde o "P" representou a carga máxima registrada pela máquina em Newtons (N), "D" o diâmetro da amostra em milímetros (mm) e "C" a carga máxima em MPa. Para a análise estatística foi empregado o teste de Análise da Variância (ANOVA) e o teste de Tukey para comparações individuais ( $p < 0,05$ ).

## Teste de solubilidade e desintegração

Foram utilizados anéis de teflon medindo 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno, seguindo a metodologia descrita por Carvalho-Júnior et al. (32) e utilizada por outros autores (33-35). Em cada anel, foi realizada uma perfuração com broca carbide n° 2 para passagem de um fio de nylon, que posteriormente serviu para a sua suspensão.

Após a espatulação os anéis foram preenchidos com os diferentes cimentos e o conjunto foi levado à estufa a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  e umidade relativa de 95%.

Decorrido um intervalo de tempo igual a três vezes o tempo de presa de cada cimento, os anéis foram removidos da estufa e após a remoção dos resíduos ou partículas soltas, com uma lixa d'água 600 (3M, Brasil), foram pesados ( $P_{H0}$ ) em uma balança de precisão (AND modelo GR-202, Tokyo Japão). Decorridas 24 h em dessecador com sílica, cada anel foi submetido à nova pesagem ( $P_{D0}$ ).

Em seguida, cada anel foi suspenso pelo fio de nylon, colocados no interior de recipientes plásticos individualizados contendo 50 mL de água destilada e reconduzidos a estufa a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Após sete dias, os anéis foram retirados dos recipientes plásticos e, depois da remoção do excesso de água, foram pesados ( $P_{H7d}$ ). Logo após, voltaram ao dessecador por 24 h e, após este tempo, foram novamente pesados ( $P_{D7d}$ ).

A solubilidade e desintegração dos cimentos correspondeu à perda de peso de cada amostra, expressa como percentual do peso perdido em comparação ao peso original.

Os resultados obtidos foram submetidos de Análise de Variância com dois fatores (ANOVA) para indicar possíveis diferenças entre os grupos e ao teste de Tukey para localizar as diferenças, com nível de significância de 5%.

## Análise do pH

O pH da água na qual os anéis ficaram imersos no teste anterior, foi medido em triplicata 3 e 24 h após o contato com eles, e depois da remoção dos anéis em 7 dias. As medições foram realizadas por meio de um de pHmetro (Instrutherm, PH-1700, São Paulo, Brasil) calibrado de acordo com soluções tampão (pH 7,0 e 9,0) e temperatura de  $25 \pm 2^\circ\text{C}$ , mantida constante por ar condicionado.

O pH da água destilada utilizada foi determinado previamente à imersão dos anéis, sendo igual a 7,4.

Os valores de pH foram tabulados e comparados pelos testes de análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey com valor de significância de 5%.

## Resultados

### *Estabilidade Dimensional*

Os percentuais médios e desvios padrão dos valores de estabilidade dimensional estão expressos na Tabela 1.

Tabela 1. Percentual médio (M), desvios padrão (DP) da alteração estabilidade dimensional em mm para cada grupo no dois períodos experimentais e valores de  $p$  (teste Anova).

Grupos	Períodos				
	24 h		30 dias		$p$
	M	DP	M	DP	-
G1	0,0533	0,0292	0,1783	0,0329	0,0007 (s)
G2	0,0020	0,0387	0,2460	0,0185	0,0002 (s)
G3	0,1083	0,0367	0,2900	0,1361	0,0850 (ns)
G4	0,1100	0,1094	0,2520	0,0649	0,1253 (ns)
$p$	0,0586 (ns)	-	0,2086 (ns)	-	-

(s) = estatisticamente significante; (ns) = não estatisticamente significante.

Houve aumento das dimensões das amostras em todos os grupos.

Pode-se observar na Tabela 1 que não houve diferença estatística entre os grupos nos dois períodos experimentais ( $p=0,58$  em 24 h e  $p=0,20$  em 30 dias). Entretanto, as amostras dos grupos G1 e G2 apresentaram uma expansão considerável em 30 dias, havendo diferença estatística ( $p < 0,05$ ) em relação à alteração dimensional registrada em 24 h. Os grupos G2, G3 e G4 apresentaram em 30 dias percentuais de expansão superiores do que foi recomendado pela norma 6876/ISO (36), a qual preconiza uma contração linear  $\leq$  a 1% e de expansão  $\leq$  a 0,1% para cimentos endodônticos.

### ***Resistência à compressão***

As médias e desvios padrão dos valores de resistência à compressão estão expressos na Tabela 2.

Tabela 2. Média (M), desvios padrão (DP) da resistência à compressão em MPa para cada grupo nos dois períodos experimentais e valores de  $p$  (teste Anova).

Grupos	Períodos				<i>p</i>
	24 h		30 dias		
	M	DP	M	DP	
G1	27,75	19,05	42,67	3,06	0,1679 (ns)
G2	23,01	4,57	42,72	6,19	0,0554 (ns)
G3	29,75	7,67	52,52	7,57	0,0099 (s)
G4	27,67	5,13	30,46	8,21	0,1371 (ns)
<i>p</i>	0,7009 (ns)	-	0,0016 (s)	-	-

(s) = estatisticamente significante; (ns) = não estatisticamente significante.

Não houve diferença estatística entre os grupos no período de 24 h, mas ocorreu em 30 dias ( $p=0,0016$ ), onde o G3 apresentou os maiores valores diferindo de G4 (Teste de Tukey,  $p=0,0008$ ). A comparação dos valores entre os períodos para cada grupo não apresentou diferença estatística, exceto para G3, que apresentou maior resistência à compressão no período de 30 dias (Tabela 2).

### ***Solubilidade e desintegração***

Constatou-se por meio da pesagem das amostras, a solubilização dos cimentos e a absorção de água.

As médias percentuais e os desvios padrão dos valores de solubilidade estão expressos na Tabela 3.

Tabela 3. Percentual médio (M) e desvios padrão (DP) dos valores de solubilidade para cada grupo em 7 dias e valores de  $p$  (teste Anova). Valores negativos representam perda de peso.

Grupos	Períodos			
	7 dias <sub>(PH)</sub>		7 dias <sub>(PD)</sub>	
	M	DP	M	DP
G1	0,016	0,0097	-0,003	0,0017
G2	0,007	0,0020	0,004	0,0020
G3	-0,001	0,0129	-0,003	0,0129
G4	-0,001	0,0039	-0,005	0,0039
$p$	0,0118 (s)	-	0,0 (s)	-

(s) = estatisticamente significante; (ns) = não estatisticamente significante.

(PH) = peso hidratado; (PD) = peso desidratado.

Após 7 dias de imersão em água o G1 ganhou peso na pesagem das amostras hidratadas, havendo diferença estatisticamente significativa em comparação a G3 e G4 que perderam peso (Teste de Tukey,  $p=0,0194$  e  $p=0,0221$ , respectivamente).

Quando os grupos foram comparados desidratados, foi observado que o G2 ganhou peso, sendo estatisticamente diferente dos outros grupos (Teste de Tukey,  $p<0,001$ ).

Todos os cimentos apresentaram valores de solubilidade que seguem a recomendação da norma 6876 da ISO (37), a qual determina que os cimentos endodônticos não podem apresentar solubilidade superior a 3% da peso inicial.

Na água, na qual as amostras dos cimentos ficaram imersas por 07 dias, não foram observadas partículas dos cimentos no fundo dos recipientes nem em suspensão. Também não foi observado o turvamento da água. Assim, foi concluído que não houve desintegração dos cimentos.

## ***pH***

As médias e desvios padrão dos pH encontrados para os grupos, em cada período, estão expressos na Tabela 4.

Tabela 4. Médias (M) e desvios padrão (DP) do pH da água na qual estavam imersos os cimentos em diferentes períodos experimentais e valores de  $p$  (teste Anova).

Grupos	Períodos						<i>p</i>
	3 h		24 h		7 d		
	M	DP	M	DP	M	DP	
G1	10,62	0,03	10,97	0,06	10,18	0,59	0,0082 (s)
G2	10,79	0,06	11,00	0,16	9,93	0,68	0,007 (s)
G3	10,85	0,06	11,25	0,07	10,07	0,56	0,0002 (s)
G4	10,86	0,08	11,07	0,08	10,42	0,73	0,0788 (ns)
<i>p</i>	0,0 (s)	-	0,002 (s)	-	0,705 (ns)	-	

(s) = estatisticamente significante; (ns) = não estatisticamente significante.

Observa-se na tabela 4 que houve diferença estatística entre os grupos em 3 e 24 h. Após 3 h, o G1 apresentou menor valor de pH quando comparado a G2, G3 e G4 com diferença estatística (Teste de Tukey,  $p=0,004$ ;  $p=0,000$ ;  $p=0,000$ ; respectivamente). Após 24 h, o G3 apresentou os valores de pH mais elevados com diferença estatística com G1 e G2 (Teste de Tukey,  $p=0,002$  e  $p=0,009$ , respectivamente). Na análise de 7 dias não houve diferença estatística entre os grupos.

Quando comparados os valores de pH entre os períodos, constatou-se diferença estatística entre os valores de pH do G1 nos períodos de 24 h e 7 dias (Teste de Tukey,  $p=0,0062$ ). Os grupos G2 e G3 apresentaram valores de pH maiores nos períodos iniciais (3 e 24 h) com diferença estatisticamente significativa para o período de 7 dias (Tabela 4).

## Discussão

Diversos compostos já foram adicionados ao MTA com o intuito de aprimorar suas características físicas (38, 39,). Alguns foram incorporados a mistura (7,15, 17, 18, 21 38,-41), outros foram empregados como veículo em substituição a água destilada (7, 8, 15, 17, 19, 21, 22). O propileno glicol demonstrou ser um veículo promissor por melhorar a manipulação do cimento (19-21), elevar os valores de pH e de liberação de íons cálcio (21), e incrementar sua resistência de união à

dentina (22). Este estudo avaliou a estabilidade dimensional, a resistência à compressão, e a solubilidade e desintegração do MTA preparado com diferentes proporções de água destilada e propileno glicol.

As diluições do propileno glicol em água e a proporção pó-líquido utilizadas na pesquisa foram baseadas no estudo de Duarte et al. (21). Entretanto, foram usadas 4 proporções das 5 utilizadas pelos autores. O grupo excluído foi o do MTA manipulado com 100% de propileno glicol, porque foi constatado que a mistura não tomou presa (21).

O teste de estabilidade dimensional seguiu a metodologia descrita por Carvalho-Júnior et al. (32) que utilizou amostras de dimensões menores que as recomendadas pela ISO (36). Os autores concluíram que a redução das dimensões não alterou a credibilidade do teste e acarretou no uso de um menor volume de material.

Os grupos com propileno glicol apresentaram alteração dimensional semelhante entre si e similar ao MTA veiculado somente com água destilada nos dois períodos.

De maneira geral, foi observado que quanto maior a proporção de propileno glicol adicionado à mistura maior foi o percentual de expansão do cimento. Por ser um veículo umectante, o propileno glicol é adicionado a cremes e formulações para impedir que ressequem dentro da embalagem, pois mantém a umidade (42). Duarte et al. (21) mostraram que o propileno glicol retarda o tempo de presa do MTA, possibilitando uma maior absorção de água durante o processo de hidratação. Camilleri demonstrou que após algumas horas, o processo de hidratação promove aumento no volume dos sólidos (6). Uma possível explicação para o aumento das dimensões dos cimentos, é que o propileno glicol por ser um agente umectante pode manter o MTA hidratado por mais tempo gerando uma expansão tardia do material.

A literatura apresenta um percentual médio de expansão para o ProRoot MTA branco misturado com água destilada de 0,08% (43) após 24 h, e de 0,28% (44) e 0,30% (45) após 30 dias, resultados diferentes dos encontrados neste estudo para o MTA Branco (0,05% em 24 h e 0,1% em 30 dias). A divergência dos resultados pode estar relacionada à composição química das duas marcas de MTA e às dimensões das amostras utilizadas. Entretanto, o MTA Branco + 100% de água destilada ficou dentro da recomendação da ISO (37). Avaliar a expansão de um cimento endodôntico é interessante porque esta propriedade pode aumentar sua capacidade de selamento (45-47), reduzindo a probabilidade de uma futura infiltração (44). Porém uma expansão

excessiva é indesejável, principalmente se o material for utilizado como material retroobturador, pois pode causar fissuras ou trincas na extremidade da raiz (44). Testes devem ser realizados para avaliar esta questão.

No teste de resistência à compressão foram utilizadas as amostras do teste de estabilidade dimensional. A resistência à compressão dos grupos preparados com propileno glicol foram estatisticamente semelhantes ao grupo preparado com água destilada, sendo que os grupos com 20% e 50% de propileno glicol obtiveram o melhor desempenho.

Neste estudo, a média de resistência à compressão do G1 foi de 27,75 MPa após 24 h e 42,67 MPa em 30 dias. Torabinejad et al. (46) encontraram valores de resistência à compressão para o ProRoot MTA de 40,0 MPa depois de 24 h com aumento para 67,3 MPa após 21 dias. Essa discrepância de valores encontrada pode ser atribuída as dimensões das amostras, ao tipo de MTA utilizado, ao líquido incorporado na manipulação e as condições de armazenamento (9, 44). Entretanto, Kogan et al. (7) encontraram um valor médio de resistência à compressão para o MTA de 28,4 MPa após 7 dias.

Para cimentos retroobturadores os valores de resistência à compressão não são críticos, pois, o material não entra em contato direto com as forças oclusais. No entanto, o teste é importante para avaliar uma similaridade entre os cimentos testados, através da comparação dos valores encontrados (44).

A solubilidade consiste na capacidade que tem uma substância de se dissolver em uma determinada quantidade de solvente (48), e a desintegração é o ato ou efeito de desintegrar-se, separar de um todo. Materiais com alta solubilidade podem liberar substâncias irritantes e aumentar o risco de infiltração (49).

A norma ISO (37) recomenda o uso de anéis com 20 mm de diâmetro interno e 1,5 mm de espessura. Neste estudo, foram utilizados anéis com dimensões sugeridas por Carvalho-Júnior et al. (32) e já empregados em outros estudos (33-35). Esta diminuição visou diminuir o volume de material e aumentar a retenção do cimento dentro do anel.

A norma (37) também avalia o peso dos resíduos liberados pelas amostras, após a evaporação da água no qual estavam imersas, não levando em consideração a possível absorção de água pelo material. Esta característica é extremamente significativa para o MTA que possui alta capacidade de absorção de água (50). Por este motivo, as amostras foram pesadas antes de serem colocadas no dessecador fornecendo o valor do peso da água absorvida ( $P_{H0}$  e  $P_{H7}$ ), ou seja, foi avaliada a



capacidade absorvente dos cimentos. A absorção de água pelo MTA também foi analisada em outros trabalhos (33, 35, 40).

Todos os cimentos testados apresentaram percentual de solubilidade inferior a 3%, enquadrando-se na recomendação da ISO (37).

Quando os cimentos foram pesados hidratados, G1 e G2 ganharam peso e G3 e G4 solubilizaram; e quando pesados desidratados, G2 ganhou peso e G1, G3 e G4 solubilizaram. Apesar de ter havido diferença estatística entre os grupos, a porcentagem de solubilidade e absorção de água foi irrisória. Outros estudos que avaliaram a solubilidade do MTA também encontraram porcentagens mínimas (51, 52) ou ausência de solubilização (46).

Conjuntamente com o teste anterior foi determinado o pH das soluções onde as amostras permaneceram imersas em diferentes períodos.

Diversos métodos foram descritos para a determinação do pH *in vitro*. Neste estudo os materiais foram acondicionados em anéis de teflon (32), outros utilizaram tubos de polietileno (53, 54), e dentes artificiais (21). Devido à variação da área de contato dos materiais com o líquido nas diversas pesquisas, as comparações entre os resultados podem demonstrar divergências.

Por exemplo, Duarte et al. (53) utilizaram tubos de polietileno e foi observado um pH médio para o MTA de 9,5 após 24 h. Bortoluzzi et al. (41) usaram anéis de aço inoxidável com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, e encontraram valores mais altos, de 11,07. Neste estudo, os anéis de teflon apresentavam 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno, e o pH médio foi de 10,97 após 24 h. Esta variação de valores pode ser decorrente da área de contato das amostras em contato com o líquido. Os tubos de polietileno possuem uma menor área de contato quando comparados à área dos anéis de teflon utilizados neste estudo, assim como estes possuem menor área em relação aos empregados por Bortoluzzi et al. (41).

Duarte et al. (21) avaliaram o pH do MTA após a manipulação com diferentes concentrações de propileno glicol. Foram utilizados dentes artificiais, feitos de resina, com retro preparos preenchidos com os cimentos. Esta metodologia restringiu ainda mais a área de contato do MTA com a água, e consequentemente, valores de pH mais baixos foram encontrados, em média 7,80 após 24 h. Os autores observaram que quanto maior a concentração de propileno glicol na mistura mais elevado foi o pH. Neste estudo não foi constatado esta relação.

## Conclusões

O propileno glicol empregado no preparo do MTA não alterou a estabilidade dimensional e a resistência à compressão do cimento. Contudo, diminuiu a solubilidade e aumentou os valores de pH nos períodos iniciais.

## Referências

- 1- Hwang YC, Lee SH, Hwang IN, Kang IC, Kim MS, Kim SH, Son HH, Oh WM. Chemical Composition radiopacity and biocompatibility of Portland cement with bismuth oxide. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2009;17:e96-102.
- 2- Bogen G, Kim JS, Bakland LK. Direct pulp capping with mineral trioxide aggregate: an observational study. *J Am Den Assoc* 2008;139:305-15.
- 3- Whitterspoon DE, Small JC, Harris GZ. Mineral trioxide aggregate pulpotomies: a case series outcomes assessment. *J Am Dent Assoc* 2006;137:610-8.
- 4- El-Meligy OA, Avery DR. Comparison of mineral trioxide aggregate and calcium hydroxide as pulpotomy agents in young permanent teeth (apexogenesis). *Pediatr Dent* 2006;28:399-404.
- 5- Bogen G, Kuttler S. Mineral Trioxide Aggregate obturation: a review and case serie. *J Endod* 2009;35:777-90.
- 6- Camilleri J. Hydration mechanism of Mineral Trioxide Aggregate. *Int Endod J* 2007;40:462-70.
- 7- Kogan P, He J, Glickmann GN, Watanabe I. The effect of various additives on setting properties of MTA. *J Endod* 2006;32:569-72.
- 8- Jafarnia B, Jiang J, He J, Wang YH, Safazi KE, Zhu Q.. Evaluation of cytotoxicity of MTA employing various additives. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol* 2009;107:739-44.

- 9- Watts JD, Holt DM, Beeson TJ, Kirkpatrick TC, Rutledge RE. Effects of pH and mixing agents on the temporal setting of tooth-colored and gray mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2007;33:970-3.
- 10- Huang TH, Shie MY, Kao CT, Ding SJ. The effect of setting accelerators properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2008;34:590-3.
- 11- Ding SJ, Kao CT, Shie MY, Hung C Jr, Huang TH. The physical and cytological properties of white MTA mixed with  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  as an accelerant. *J Endod* 2008;34:748-51.
- 12- Shie MY, Huang TH, Kao CT, Huang CH, Ding SJ. The effect of a physiologic solution pH on properties of white mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2009;35:98-101.
- 13- Hsieh SC, Teng NC, Lin YC, Lee PY, Ji DY, Chen CC, Ke ES, Lee SY, Yang JC. A novel accelerator for improving the handling properties of dental filling materials. *J Endod* 2009;35:1292-5.
- 14- Ji DY, Wu HD, Hsieh SC, Teng NC, Chen CC, Ke ES, Lin YC, Lee SY, Yang JC. Effects of a novel hydration accelerant on the biological and mechanical properties of white mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2011;37:851-5.
- 15- Kang JY, Lee BN, Son HJ, Koh JT, Kang SS, Son HH, Chang HS, Hwang IN, Hwang YC, Oh WM. Biocompatibility of Mineral Trioxide Aggregate Mixed with Hydration Accelerators. *J Endod* 2013;39:497-500.
- 16- Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of ProRoot MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. *J Endod* 2007;33:1231-4.
- 17- Wiltbank KB, Schwartz SA, Schindler WG. Effect of selected accelerants on the physical properties of Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement. *J Endod* 2007;33:1235-8.

- 18- McNamara RP, Henry MA, Schindler WG, Hargreaves KM. Biocompatibility of Accelerated Mineral Trioxide Aggregate in a Rat Model. *J Endod* 2010;36:1851-55.
- 19- Holland R, Ferreira LB, de Souza, Murata SS, Dezan Júnior E, Suzuki P. Influence of the type of vehicle and limit of obturation on apical and periapical tissue response in dogs' teeth after root canal filling with mineral trioxide aggregate. *J Endod* 2007;33:693-7.
- 20- Brito-Júnior M, Viana FA, Pereira RD, Nobre SA, Soares JA, Camilo CC, Faria-e-Silva AL. Sealing ability of MTA-Angelus with propyleneglycol in furcal perforations. *Acta Odontol Latinoam* 2010;23:124-8.
- 21- Duarte MA, Alves de Aguiar K, Zeferino MA, Vivan RR, Ordinola-Zapata R, Tanomaru-Filho M, Weckwerth PH, Kuga MC. Evaluation of the propylene glycol association on some physical na chemical properties of minera trioxide aggergate. *Int Endod J* 2012;45:565-70.
- 22- Milani AS, Froughreyhani M, Aghdam SC, Pournaghiazar F, Asghari JM. Mixing with Propylene Glycol Enhances the Bond Strength of Mineral Trioxide Aggregate to Dentin. *J Endod* 2013;39:1452-55.
- 23- Hannuksela M, Salo H. The repeated open application test (ROAT). *Contact Dermatitis* 1926;14:221-7.
- 24- Fiume MM, Bergfeld WF, Belsito DV, Hill RA, Klaassen CD, Liebler D, Marks JG Jr, Shank RC, Slaga TJ, Snyder PW, Andersen FA. Safety Assessment of propylene glycol, tripropylene glycol and PPGs as used in cosmetics. *Int J Toxicol* 2012;31(5 Suppl):245S-60S.
- 25- Catanzaro JM, Smith JG. Propylene glycol dermatitis. *Journal of American Academy of Dermatology* 1991;24:90-5.
- 26- Laws AJ. Calcium hydroxide as a possible root filling material. *NZ Dent J* 1962;58:199-215.

- 27- Felipe MCS, Felipe WT, Marques MM, Antoniazzi JH. The effect of the renewal of calcium hydroxide paste on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. *Int Endod J* 2005;38:436-42.
- 28- Chang MC, Lin LD, Chen YJ, Tsai YL, Cheng YA, Kuo CS, Chang HH, Tai TF, Lin HJ, Jeng JH. Comparative cytotoxicity of five root canal sealers on cultured human periodontal ligament fibroblasts. *Int Endod J* 2010;43:251-7.
- 29- Nunes AC, Rocha MJ. Hydroxyl and calcium ions diffusion from endodontic materials through roots of primary teeth—in vitro study. *J Appl Oral Sci* 2005;13:187–92.
- 30- Ximenes M, Cardoso M. Assessment of diffusion of hydroxyl and calcium ions of root canal filling materials in primary teeth. *Pediatr Dent* 2012;34:122-6.
- 31- Angelus. MTA Branco: cimento reparador. Londrina: Angelus, 2006.
- 32- Carvalho-Júnior JR, Corrêa-Sobrinho L, Corrêa AB, Sinhoretto MA, Consani S, Sousa-Neto MD. Solubility and Dimensional Change after Setting of Root Canal Sealers: A Proposal for Smaller Dimensions of Test Samples. *J Endod* 2007;33:1110-6.
- 33- Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealer. *Int Endod J* doi: 10.1111/iej.12167. [Epub ahead of print] Jul. 2013.
- 34- Garrido AD, Lia RC, Franca SC, da Silva JF, Astolfi-Filho S, Sousa-Neto MD. Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on Copalifera multijuga oil resin. *Int Endod J* 2010;42:283-91.
- 35- Borges RP, Sousa-Neto MD, Versiani MA, Rached-Júnior FA, De-Deus G, Miranda CE, Pécora JD. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic material and an

- epoxy resin-based sealer after a solubility test. *Int Endod J* 2012;45:419-28.
- 36- International Organization for Standardization. ISO TC/106, ISO 6876 for dental root canal sealing materials. Geneva, Switzerland: ISO; 2002.
  - 37- International Organization for Standardization. ISO TC/106, ISO 6876 for dental root canal sealing materials. Geneva, Switzerland: ISO; 2012.
  - 38- Lee BN, Hwang YC, Jang JH, Chang HS, Hwang IN, Yang SY, Park YJ, Son HH, Oh WM. Improvement of the properties of mineral trioxide aggregate by mixing with hydration accelerators. *J Endod* 2011;37:1433-6.
  - 39- Appelbaum KS, Stewart JT, Hartwell GR. Effect of sodium fluorsilicate on the properties of Portland Cement. *J Endod* 2012;38:1001-3.
  - 40- Bortoluzzi EA, Broon NJ, Duarte MAH, de Oliveira Demarchi AC, Monteiro Bramante C. The use of setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and White Portland cement. *J Endod* 2006;32:1194-7.
  - 41- Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Felipe WT, Tanomaru-Filho M, Esberard RM. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of Mineral Trioxide Aggregate and White Portland cement with a radiopacifier. *J Endod* 2009;35:550-4.
  - 42- Batistuzzo, J.A.O., Eto Y., Itaya M. – Formulário Médico-farmacêutico, Tecnopress, 1ª edição, 2000.
  - 43- Storm B, Eichmiller FC, Tordik PA, Goodell GG. Setting expansion of gray and white Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement. *J Endod* 2008;34:80-2.

- 44- Islam I, Chng HK, Yap AUJ. Comparison of the Physical and Mechanical Properties of MTA and Portland Cement. *J Endod* 2006;32:193-197.
- 45- Chng HK, Islam I, Yap AUJ, Tong YW, Koh ET. Properties of a New Root-End filling material. *J Endod* 2005;31:665-68.
- 46- Torabinejad M, Chivian M. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. *J Endod*, 1995;25:197-205.
- 47- Fischer EJ, Arens DE, Miller CH. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as compared with zinc-free amalgam, intermediate restorative material, and Super-EBA as a root-end filling material. *J Endod* 1998;24:176-9.
- 48- Parirokh M, Torabinejad M. Mineral Trioxide Aggregate: a comprehensive literature review-part I: chemical, physical, and bacterial properties. *J Endod* 2010;36:16-27.
- 49- Flores DS, Rached FJ Jr, Versiani MA, Guedes DF, Sousa-Neto MD, Pécora JD. Evaluation of the physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J* 2011;44:126-35.
- 50- Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. *Dental Materials* 2011;27:879-91.
- 51- Danesh G, Dammaschke T, Gerth HU, Zandbiglari T, Schafer E. A Comparative study of the selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. *Int Endod J* 2006;39:213-9.
- 52- Poggio C, Lombardini M, Alessandro C, Simonetta R. Solubility of root-end-filling materials: a comparative study. *J Endod* 2007;33:1094-7.
- 53- Duarte MA, Demarchi ACCO, Moraes IG. Determination of pH and calcium ion release provided by pure and calcium hydroxide-containing AHPlus. *Int Endod J*. 2004; 37:42-5.

- 54- Santos AD, Moraes JC, Araujo EB, Yukimitu K, Valerio Filho WV. Physicochemical properties of MTA and a novel experimental cement. *Int Endod J* 2005;38:443-7.



REFERÊNCIAS<sup>1</sup>

- ADAMO, H. L. et al. A comparison of MTA, Super-EBA, composite and amalgam as root-end filling materials using a bacterial microleakage model. **Int Endod J**, v. 32, n. 3, p. 197-203, May. 1999.
- Angelus. MTA Branco: cimento reparador. Londrina: Angelus, 2006.
- APPELBAUM, K. S.; STEWART, J. T.; HARTWELL, G. R. Effect of sodium fluorsilicate on the properties of Portland Cement. **J Endod**, v. 38, n. 7, p. 1001-1003, Jul. 2012.
- ASGARY, S. et al. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. **J Endod**, v. 31, n. 2, p. 101-103, Feb. 2005.
- ASGARY, S. et al. A qualitative X-ray analysis of white and grey mineral trioxide aggregate using compositional imaging. **J Mater Sci Mater Med**, v. 17, n. 2, p. 187-191, Feb. 2006.
- BER, B. S.; HATTON, J. F.; STEWART, G. P. Chemical modification of Proroot MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. **J Endod**, v. 33, n. 10, p. 1231-1234, Oct. 2007.
- BOGEN, G.; KIM, J. S.; BAKLAND, L. K. Direct pulp capping with mineral trioxide aggregate: an observational study. **J Am Den Assoc**, v. 139, n. 3, p. 305-315, Mar. 2008.
- BOGEN, G.; KUTTLER, S. Mineral Trioxide Aggregate obturation: a review and case serie. **J Endod**, v. 35, n. 6, p.777-790, Jun. 2009.
- BORTOLUZZI, E. A. et al. The use of a setting accelerator and its effect on pH and calcium ion release of mineral trioxide aggregate and white Portland cement. **J. Endod**, v. 32, n. 12, p. 1194-1197, Dec. 2006.

<sup>1</sup>- Baseada na NBR6023; 2002 da ABNT

BORTOLUZZI, E. A. et al. Mineral trioxide aggregate with or without calcium chloride in pulpotomy. **J Endod**, v. 34, n. 2, p.172-175, Feb. 2008.

BORTOLUZZI, E. A. et al. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. **J. Endod**, v. 35, n. 5 p. 550–554, Apr. 2009.

BORGES, R. P. et al. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. **Int Endod J**, v. 45, n. 5, p. 419-428, May. 2012.

BRITO-JÚNIOR, M. et al. Sealing ability of MTA-Angelus with propyleneglycol in furcal perforations. **Acta Odontol Latinoam**, v. 23, n. 2, p. 124-128, Aug. 2010.

BUENO, C. E. et al. Study of the bismuth oxide concentration required to provide Portland cement with adequate radiopacity for endodontic use. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 107, n. 1, p. e65-69, Jan. 2009.

CAMILLERI, J. et al. Cytomorphology of osteoblasts exposed to two commercial forms of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J.**, v. 37, n. 10, p. 699–704, Oct. 2004.

CAMILLERI, J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J.**, v. 40, n. 6, p. 462–470, Jun. 2007.

CAMILLERI, J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J**, v. 41, n. 5, p. 408-417, May. 2008.

CARVALHO-JÚNIOR, J. R. et al. Solubility and Dimensional Change after Setting of Root Canal Sealers: A Proposal for Smaller Dimensions of Test Samples. **J Endod**, v. 33, n. 9, p. 1110-1116, Sep. 2007.

CATANZARO, J. M.; SMITH, J. G. Propylene glycol dermatitis. **J Amer Academy of Dermat**, v. 24, p. 90–95, 1991.

CHANG, M. C. et al. Comparative cytotoxicity of five root canal

sealers on cultured human periodontal ligament fibroblasts. **Int Endod J**, v. 43, n. 3, p. 251-271, Mar. 2010.

CHNG, H. K. et al. Properties of a New Root-End filling material. **J Endod**, v. 31, n. 9, p. 665-668, Sep. 2005.

CUTAJAR, A. et al. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. **Dent Mater**, v. 27, n. 9, p. 879–91, Sep. 2011.

DANESH, G. et al. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. **Int Endod J**, v. 39, n. 3, p. 213-219, Mar. 2006.

DING, S. J. et al. The physical and cytological properties of white MTA mixed with Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> as an accelerant. **J Endod**, v. 34, n. 6, p. 748-751, Jun. 2008.

DUARTE, M.A.H. et al. pH and calcium ion release of 2 root –end filling materials. **Oral. Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol Endod**, v. 95, n. 3, p. 345–347, Mar. 2003.

DUARTE, M. A. H. Evaluation of the propylene glycol association on some physical and chemical properties of mineral trioxide aggregate. **Int Endod J**, v. 45, n. 6, p. 565-570 Jun. 2012.

ESTRELA, C. et al. Antimicrobial and Chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. **J Braz Dent**, v. 11, n. 1, p. 3-9, 2000.

EL-MELIGY, O. A.; AVERY, D. R. Comparison of mineral trioxide aggregate and calcium hydroxide as pulpotomy agents in young permanent teeth (apexogenesis). **Pedriatr Dent**, v. 28, n. 5, p. 399-404, Oct. 2006.

FELIPPE, M. C. S.; FELIPPE, W. T.; MARQUES, M. M.; ANTONIAZZI, J. H. The effect of the renewal of calcium hydroxide paste on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. **Int Endod J**, v. 38, n. 7, p.436–442, Jul. 2005.

FELIPPE, W. T.; FELIPPE, M. C. S.; ROCHA, M. J. C. The effect of

mineral trioxide aggregate on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. **Int Endod J**, v. 39, n. 1, p. 2-9, Jan. 2006.

FISCHER, E. J.; ARENS, D.E.; MILLER, C. H. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as compared with zinc-free amalgam, intermediate restorative material, and Super-EBA as a root-end filling material. **J Endod**, v. 24, n. 3, p. 176-179, Mar. 1998.

FIUME, M. M. et al. Safety Assessment of propylene glycol, tripropylene glycol and PPGs as used in cosmetics. **Int J Toxicol**, v. 31, n. 5 Suppl, p. 245S-2460S, Sep-Oct. 2012.

FLORES, D.S. et al. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. **Int Endod J**, v. 44, n. 2, p. 126-135, Feb. 2011.

FRIDLAND, M.; ROSADO, R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. **J Endod**, v. 29, n. 12, p. 814-817, Dec. 2003.

FRIDLAND, M.; ROSADO, R. MTA Solubility: A long term study. **J Endod**, v. 31, n. 5, p. 376-379, May. 2005.

GANCEDO-CARAVIA, L.; GARCIA-BARBERO, E. Influence of humidity and setting time on the push-out strength of mineral trioxide aggregate obturations. **J Endod**, v. 32, n. 9, p. 894-896, Sep. 2006.

GANDOLFI, M. G; IACONO, F.; AGEE, K. et al. Setting time and expansion in different soaking media of experimental accelerated calcium-silicate cements and Pro Root MTA. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 108, n. 6, p. e39-e45, Dec. 2009.

GANDOLFI M. G. et al. Apatite forming ability (bioactivity) of ProRoot MTA. **Int Endod J**, v. 43, n. 10, p. 917-29, Oct. 2010.

GARRIDO, A. D. et al. Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on Copaifera multijuga oil-resin. **Int Endod J**, v. 43, n. 4, p. 283-291, Apr. 2010.

KANG, J. Y. et al. Biocompatibility of Mineral Trioxide Aggregate Mixed with Hydration Accelerators. **J Endod**, v. 39, n. 4, p. 497-500, Apr. 2013.

KETTERING, J. D.; TORABINEJAD, M. Investigation of mutagenicity of mineral trioxide aggregate and other commonly used root—nd filling materials. **J Endod**, v. 21, n. 11, p. 537-542, Nov. 1995.

HANNUKSELA, M.; SALO, H. The repeated open application test (ROAT). **Contact Dermatitis** v. 14, n. 4, p. 221–227, Apr. 1986.

HARRINGTON, P. P. **Post retention with mineral trioxide aggregate and accelerated Portland cement** [Dissertation]. Morgantown: West Virginia University; 2005.

HENDERSON, E.; BAILEY, J. E. The compositional and molecular character of the calcium silicate hydrates formed in the paste hydration of  $3\text{CaO} + \text{SiO}_2$ . **J Mater Sci**, v. 28, n. 13, p. 3681–3691, Jul. 1993.

HOLLAND, R. et al. Influence of the type of vehicle and limit of obturation on apical and periapical tissue response in dog's teeth after root canal filling with Mineral Trioxide Aggregate. **J Endod**, v. 33, n. 6, p. 693-697, Jun. 2007.

HSIEH, S. C. et al. A novel accelerator for improving the handling properties of dental filling materials. **J Endod**, v. 35, n. 9, p. 1292-1295, Sep. 2009.

HUANG T. H. et al. The effect of setting accelerator on properties of mineral trioxide aggregate. **J Endod**, v. 34, n. 5, p. 590-593, May. 2008.

HWANG, Y. C. et al. Chemical Composition radiopacity, and biocompatibility of Portland cement with bismuth oxide. **Oral. Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol Endod**, v. 107, n. 3, p. e96-102, Mar. 2009.

International Organization for Standardization. ISO TC/106, ISO

6876 for dental root canal sealing materials. Geneva, Switzerland: ISO; 2002.

International Organization for Standardization. ISO TC/106, ISO 6876 for dental root canal sealing materials. Geneva, Switzerland: ISO; 2012.

ISLAM, I.; CHNG, H. K.; YAP, A. U. J. Comparison of the Physical and Mechanical Properties of MTA and Portland Cement. **J Endod**, v. 32, n. 3, p. 193-197, Mar. 2006.

JAFARNIA, B. et al. Evaluation of cytotoxicity of MTA employing various additives. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 107, n. 5, p. 739-744, May. 2009.

JI, D. Y. et al. Effects of a novel hydration accelerant on the biological and mechanical properties of white mineral trioxide aggregate. **J Endod**, v. 37, n. 6, p. 851-855, Jun. 2011.

KOGAN, P. et al. The effects of various additives on setting properties of MTA. **J Endod**, v.32, n. 6, p. 569-572, Jun. 2006.

LAWS, A. J. Calcium hydroxide as a possible root filling material. **NZ Dent J**, v. 58, n. 4, p. 199–215, 1962.

LEE, S. J.; MONSEF, M.; TORABINEJAD, M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. **J Endod**, v. 19, n. 11, p. 541–544, Nov. 1993.

LEE, Y .L. et al. Effects of EDTA on the hydration mechanism of mineral trioxide aggregate. **J Dent Res**, v. 86, n. 6, p. 534–538, Jun. 2007.

LEE, B. N. et al. Improvement of the properties of mineral trioxide aggregate by mixing with hydration accelerators. **J Endod**, v. 37, n. 10, p. 1433-1436, Oct. 2011.

LIN, F. H.; WANG, W. H.; LIN, C. P. Transition element contained partial-stabilized cement (PSC) as a dental retrograde-filling material. **Biomaterials**, v. 24, n. 2, p. 219–233, Jan. 2003.

MANUAL TÉCNICO VEDACIT – Impermeabilizantes, Aditivos para Concreto, Materiais para Recuperação. VEDACIT; OTTO BAUMGART; 2003. [www.vedacit.com.br](http://www.vedacit.com.br)

McNAMARA, R. P. et al. Biocompatibility of Accelerated Mineral Trioxide Aggregate in a Rat Model. **J Endod**, v. 36, n. 11, p. 1851-1855, Nov. 2010.

MENEZES, R. et al. Histologic evaluation of pulpotomies in dog using two types of mineral trioxide aggregate and regular and White Portland cements as wound dressings. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 98, n. 3, p. 376–379, Sep. 2004.

MILANI, A. S. et al. Mixing with propylene glycol enhances the bond strength of Mineral Trioxide Aggregate to dentin. **J Endod**, v. 30, n. 11, p. 1452-1455, Nov. 2013.

MOZAYENI M. A. et al. Cytotoxicity of cold ceramic compared with MTA and IRM. **Iran Endod J**, v. 4, n. 3, p. 106–111, Summer. 2009.

MOYANEZI, M. A. et al. Cytotoxicity of calcium enriched mixture cement compared with mineral trioxide aggregate and intermediate restorative material. **Aus Endod J**, v. 38, n.2, p. 70–75, Aug. 2012

NUNES, A. C.; ROCHA, M. J. Hydroxyl and calcium ions diffusion from endodontic materials through roots of primary teeth—in vitro study. **J Appl Oral Sci**, v. 13, n. 2, p. 187-192, Jun. 2005.

PARIROKH, M.; TORABINEJAD, M. A comprehensive literature review-part I: chemical, physical, and antibacterial properties. **J Endod**, v. 36, n. 1, p. 16-27, Jan. 2010.

POGGIO; C. et al. Solubility of root-end-filling materials: a comparative study. **J Endod**, v. 33, n. 9, p. 1094-1097, Sep. 2007.

REYES-CARMONA, J. F.; FELIPPE, M. S.; FELIPPE, W. T. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and Portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. **J Endod**, v. 35, p. 731-736, May. 2009.

REYES-CARMONA, J.F.; FELIPPE, M.S.; FELIPPE, W.T. The biomineralization ability of mineral trioxide aggregate and Portland cement on dentin enhances the push-out strength. **J Endod**, v. 36, n. 2, p. 286-291, Feb. 2010.

SAIDON, J. et al. Cell and tissue reactions to mineral aggregate and Portland cement. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 95, n. 4, p. 483-489, Apr. 2003.

SANTOS, A.D. et al. Physico-chemical properties of MTA and a novel experiential cement. **Int. Endod J**, v. 38, n. 7, p. 443-447, July 2005.

SHIE, M. Y. et al. The effect of a physiologic solution pH on properties of white mineral trioxide aggregate. **J Endod**, v. 35, n. 1, p. 98-101, Jan. 2009.

SLUYK, S. R.; MOON, P. C.; HARTWELL, G. R. Evaluation of setting properties and retention characteristics of mineral trioxide aggregate when used as a furcation perforation repair material. **J Endod**, v. 24, n. 11, p. 768-771, Nov. 1998.

STORM, B. et al. Setting expansion of gray and white Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement. **J Endod**, v. 34, n. 1, p. 80-82, Jan. 2008.

TANG, H.M.; TORABINEJAD, M.; KETTERING, J.D. Leakage evaluation of root end filling materials using endotoxin. **J Endod**, v. 28, n. 1, p. 5-7, Jan. 2002.

TORABINEJAD, M. et al. Dye leakage of four root end filling materials: effects of blood contamination. **J Endod**, v. 20, n. 4, p. 159-163, Apr. 1994.

TORABINEJAD, M. et al. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. **J Endod**, v. 21, n. 12, p. 603-608, Dec. 1995.

TORABINEJAD, M.; CHIVIAN, N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. **J Endod**, v. 25, n. 3, p. 197-205, Mar. 1995.



VIAPIANA, R.; FLUMIGNAN, D. L.; GUERREIRO-TANOMARU J. M. et al. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealer. **Int Endod J**, doi: 10.1111/iej.12167. [Epub ahead of print] Jul. 2013.

VON A. R. X.; PENARROCHA, M.; JENSEN, S. Prognostic factors in apical surgery with root-end filling: a meta-analysis. **J Endod**, v. 36, n. 6, p. 957-973, Jun, 2010.

WANG W. H. et al. Compositional characteristics and hydration behavior of mineral trioxide aggregates. **J Dent Sci**, v. 5, n. 2, p. 53-59, Jun. 2010.

WATTS, J. D. et al. RE. Effects of pH and mixing agents on the temporal setting of tooth-colored and gray mineral trioxide aggregate. **J Endod**, v. 33, n. 8, p. 970-973, Aug. 2007.

WHITE, C. J. R.; BRYANT, N. Combined therapy of mineral trioxide aggregate and guided tissue regeneration in the treatment of external root resorption and an associated osseous defect. **J Periodontol**, v. 73, n. 12, p. 1517-1520, Dec. 2002.

WHITERSPOON, D. E.; SMALL, J. C.; HARRIS, G. Z. Mineral trioxide aggregate pulpotomies: a case series outcomes assessment. **J Am Dent Assoc**, v. 137, n. 5, p. 610-618, May. 2006.

WILTBANK, K. B; SCHWARTZ, S. A.; SCHINDLER, W. G. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. **J Endod**, v. 33, n. 10, p. 1235-1238, Oct. 2007.

XIMENES, M.; CARDOSO, M. Assessment of diffusion of hydroxyl and calcium ions of root canal filling materials in primary teeth. **Pediatr Dent**, v. 34, n. 2, p. 122-126, Mar-Apr. 2012.